

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-331496

(43)Date of publication of application : 14.12.1993

(51)Int.Cl.

C11D 17/06

C11D 1/14

C11D 1/29

C11D 11/00

(21)Application number : 04-140363

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 01.06.1992

(72)Inventor : MIYASHIKI TOMONORI
WADA YASUSHI
ISHIKAWA TAKESHI

(54) PRODUCTION OF GRANULAR ANIONIC ACTIVATOR

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a granular anionic activator having low impurity content using a small-scale apparatus under low drying load by supplying an anionic activator to an evaporator in the form of aqueous slurry, forming a thin film on a heating wall surface of the evaporator, drying the slurry and scraping the dried film with a rotary blade in the form of granules.

CONSTITUTION: An anionic activator is granulated by using an evaporator having a heating wall and a rotary blade rotating along the inner surface of the heating wall. The anionic activator such as an alkylsulfuric acid salt having 8-18C straight or branched-chain alkyl or alkenyl group or a polyoxyalkylene alkyl ether sulfuric acid salt produced by adding ethylene oxide or propylene oxide to the above alkylsulfuric acid salt at an average added molar number of ≥ 0.5 , etc., is supplied to the evaporator as an aqueous slurry of the anionic activator having a solid concentration of 60-80wt.%. The rotary blade is rotated and the aqueous slurry of the anionic activator is concentrated while forming a thin film of the anionic activator on the inner surface of the heating wall. The concentrated slurry film is dried and scraped off with the rotary blade to obtain the objective granular anionic activator.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

26.11.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3179186

[Date of registration]

13.04.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-331496

(43)公開日 平成5年(1993)12月14日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 D	17/06			
	1/14			
	1/29			
	11/00			

審査請求 未請求 請求項の数2(全 6 頁)

(21)出願番号	特願平4-140363	(71)出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22)出願日	平成4年(1992)6月1日	(72)発明者	御屋敷 智恵 和歌山県和歌山市西浜1450
		(72)発明者	和田 康 和歌山県和歌山市西浜1450
		(72)発明者	石川 剛 和歌山県和歌山市栄谷948-8
		(74)代理人	弁理士 羽鳥 修

(54)【発明の名称】 アニオン活性剤粉粒体の製造方法

(57)【要約】

【目的】 乾燥負荷が低く乾燥装置の規模も小さく、且つ不純物の低いアニオン活性剤粉粒体の製造方法を提供すること。

【構成】 本発明に係るアニオン活性剤粉粒体の製造方法は、伝熱壁と該伝熱壁の内面に沿って回転する回転ブレードとを有する蒸発機を使用してアニオン活性剤を粉粒化する方法であって、上記蒸発機に、上記アニオン活性剤を固形分濃度60～80重量%のアニオン活性剤水スラリーとして供給し、上記回転ブレードを回転させて、上記伝熱壁の内面上にアニオン活性剤の薄膜を形成させながら該アニオン活性剤水スラリーを濃縮させ、乾燥させて、上記回転ブレードで掻き取って粉粒化することを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 伝熱壁と該伝熱壁の内面に沿って回転する回転ブレードとを有する蒸発機を使用してアニオン活性剤を粉粒化する方法であって、上記蒸発機に、上記アニオン活性剤を固形分濃度 60～80 重量%のアニオン活性剤水スラリーとして供給し、上記回転ブレードを回転させて、上記伝熱壁の内面上にアニオン活性剤の薄膜を形成させながら該アニオン活性剤水スラリーを濃縮させ、乾燥させて、上記回転ブレードで掻き取って粉粒化することを特徴とするアニオン活性剤粉粒体の製造方法。

【請求項 2】 上記アニオン活性剤が、炭素数 8～18 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有するアルキル硫酸塩、及び炭素数 8～18 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有し、且つ酸化エチレン又は酸化プロピレンの平均付加モル数が 0.5 以上であるポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩からなる群より選ばれる 1 種又は 2 種以上の硫酸塩である請求項 1 記載のアニオン活性剤粉粒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、アニオン活性剤を含有する水スラリーからアニオン活性剤粉粒体を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 アニオン活性剤の粉末は、他の界面活性剤又はビルダーと配合することにより衣料用洗剤、台所用洗剤等に使用されているのみならず、歯磨き用発泡剤、粉末シャンプー、洗浄剤等にも使用されている。従来、アニオン活性剤を粉末或いは粒状に乾燥する方法は粘度を考慮し水分含有量 60～70 重量%の低濃度スラリーを噴霧乾燥する方法（特開昭 55-69698 号公報、特開昭 53-39307 号公報）、同じく低濃度スラリーを回転薄膜式蒸発装置内にフラッシュ導入し濃縮する方法（特開昭 51-41675 号公報）、またアルキル硫酸塩のスラリーの粘度極小値を利用して固形分濃度 60～80 重量%の高濃度スラリーを噴霧乾燥する方法（特開昭 54-106428 号公報）、同じく水分含有量 20～35 重量%の高濃度洗剤ペースト原料を真空薄膜乾燥する方法（特開平 2-222498 号公報）等がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、特開昭 55-69698 号公報、特開昭 53-39307 号公報に記載の方法においては噴霧乾燥工程を有するため大規模な乾燥装置と多大な乾燥エネルギーを要するという課題がある。また特開昭 51-41675 号公報に記載の方法では、大規模な乾燥装置は必要ないものの多大な乾燥エネルギーを要し、又濃縮化は可能であるが粉粒化は困難である。

【0004】 特開昭 54-106408 号公報では、高濃度スラリーを使用するため多大なエネルギーは必要無いものの、大規模な乾燥装置が必要であり、又前工程の硫酸化反応による未反応アルコール等の不純物が製品に残存するという問題も残る。特開平 2-222498 号公報では、薄膜乾燥を用いた高密度洗剤用ペースト原料の連続乾燥方法が開示されているが、アニオン活性剤そのものの粉粒化方法については十分に技術的な解決がなされていない。本発明は、このような問題を解決するためになされたものであり、本発明の目的は、乾燥負荷が低く乾燥装置の規模も小さく、且つ不純物の低いアニオン活性剤粉粒体の製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は、回転薄膜蒸発機を利用して固形分濃度 60～80 重量%のアニオン活性剤水スラリーを粉粒体とすることが製造上極めて好ましいことを知見したものである。即ち、本発明は、伝熱壁と該伝熱壁の内面（以下、伝熱内壁面と称する。）に沿って回転する回転ブレードとを有する蒸発機を使用してアニオン活性剤を粉粒化する方法であって、上記蒸発機に、上記アニオン活性剤を固形分濃度 60～80 重量%のアニオン活性剤水スラリーとして供給し、上記回転ブレードを回転させて、上記伝熱内壁面上にアニオン活性剤の薄膜を形成させながら該アニオン活性剤水スラリーを濃縮させ、乾燥させて、上記回転ブレードで掻き取って粉粒化することを特徴とするアニオン活性剤粉粒体の製造方法を提供することにより上記の目的を達成したものである。

【0006】 また、本発明は、上記アニオン活性剤が、炭素数 8～18 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有するアルキル硫酸塩、及び炭素数 8～18 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有し、且つ酸化エチレン又は酸化プロピレンの平均付加モル数が 0.5 以上であるポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩からなる群より選ばれる 1 種又は 2 種以上の硫酸塩であることを特徴とする。

【0007】 更に、本発明に係る製造方法の好ましい態様としては、以下の通りである。本発明に係る製造方法にあって、上記回転ブレードの先端部と伝熱内壁面とのクリアランス（離間距離）が 10mm 以下である。本発明に係る製造方法にあって、上記蒸発機に供給する際の上記アニオン活性剤水スラリーの温度を 50～140℃の範囲にする。本発明に係る製造方法にあって、上記蒸発機内の伝熱内壁面温度を 50～140℃の範囲にする。本発明に係る製造方法にあって、上記蒸発機内の圧力を 500Torr 以下とする。本発明に係る製造方法にあって、上記蒸発機内における回転ブレードの先端部の周速を 2m/sec 以上とする。本発明に係る製造方法にあって、上記蒸発機内に上記アニオン活性剤水スラリー 100 重量部に対して 20 重量部以上の重量比で、空気、

アニオン活性剤との反応性を有しない不活性気体、及び水蒸気の少なくとも 1 以上のガスを連続的に供給して不純物の少ないアニオン活性剤粉粒体を得ることである。本発明に係る製造方法にあって、上記アニオン活性剤水スラリーから得られるアニオン活性剤粉粒体の水分含有量を 10 重量%以下とする。本発明に係る製造方法にあって、上記アニオン活性剤水スラリーから得られるアニオン活性剤粉粒体の嵩密度を 0.4 g/cc 以上とする。本発明に係る製造方法にあって、上記アニオン活性剤水スラリーから得られるアニオン活性剤粉粒体の 10 重量%水溶液の色を K L E T T No. 10 以下とする。

【0008】本発明に係るアニオン活性剤粉粒体の製造方法に用いられる回転薄膜蒸発機は、基本的にアニオン活性剤水スラリーに熱を供給する伝熱壁と、この伝熱内壁面にアニオン活性剤の薄膜を形成し、掻き取る回転ブレードを有する構成があれば特に制限されることはなく、このような構成が一部或いは全体に有する場合も含まれる。好ましいものとして例えば、上記伝熱壁を、立設した円筒ケーシングとし、上記回転ブレードを、その内面に摺接又は近接させて回転させるものとしてすることができる。そして、円筒ケーシングの上部をアニオン活性剤水スラリーの供給口とし、その下部を乾燥アニオン活性剤粉粒体の取出口とすることができる。また、円筒ケーシングの内面を伝熱乾燥内壁面とするために加熱手段等を取り付けた構造、例えば加熱ジャケット等をケーシングに設けた構造とすることができる。

【0009】このような構成において、アニオン活性剤水スラリーが回転薄膜蒸発機内に供給されると、回転ブレードの先端で伝熱内壁面に擦りつけられることにより水スラリーの薄膜が形成される。この際薄膜は、ジャケットからの伝熱と伝熱内壁面と回転ブレードとの摩擦熱とを受けながら伝熱内壁面に沿って流下し、しだいに濃縮、乾燥される。乾燥されたアニオン活性剤は、回転ブレードにより掻きとられ、粉状、顆粒状、またはフレーク状の粉粒化物になり取出口より取り出される。したがって、本発明における粉粒体とは、これら、粉状、顆粒状、又はフレーク状のアニオン活性剤粉粒体をいう。一方、アニオン活性剤水スラリーから蒸発した水蒸気は、この蒸発機から系外のコンデンサー等により冷却回収処理される。

【0010】ここで、アニオン活性剤水スラリーは、固形分濃度 60~80 重量%であることが重要であり、好ましくは 65~75 重量%が望ましい。この濃度が 80 重量%を越えた場合及び 60 重量%未満に低下した場合（但し、40 重量%以下は除く）いずれも水スラリーは、ゲル化状態になりハンドリングが困難となる。また、この濃度を 40%以下に低下させると再び流動性が生じハンドリングは可能となるが乾燥負荷が大きくなる。

【0011】固形分濃度 60~80 重量%のアニオン活

性剤水スラリーを得る方法としては、固形分濃度 40 重量%以下の水スラリーを予備濃縮により 60~80 重量%に調整する方法、または水スラリーの粘度極小値を利用して固形分濃度の高いスラリーを直接製造する方法等があるが水スラリーの製造方法については本発明は限定されない。

【0012】アニオン活性剤としては、炭素数 8~18、好ましくは 10~16 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有するアルキル硫酸塩、及び炭素数 8~18、好ましくは 10~16 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有し、且つ酸化エチレン、又は酸化プロピレンの平均付加モル数 0.5 以上、好ましくは 1~8 であるポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩からなる群より選ばれる 1 種又は 2 種以上の硫酸塩を使用することができる。アニオン活性剤は、具体的に下式 (I) 及び (II) で表される。

・アルキル硫酸塩



(Rは、炭素数 8~18 のアルキル基又はアルケニル基であり、これらの基は直鎖又は分岐鎖であってもよい。Mは、アルカリ金属又はアルカノール置換もしくは無置換のアンモニウム塩であってもよい。)

・ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩



(Rは、炭素数 8~18 のアルキル基又はアルケニル基であり、これらの基は直鎖又は分岐鎖であってもよい。Mは、アルカリ金属又はアルカノール置換もしくは無置換のアンモニウム塩であってもよい。nは 2 または 3 であり、mは平均付加モル数であり 0.5 以上である。) これらアニオン活性剤はアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩であるが、好ましくはアルカリ金属塩、更に好ましくは Na 塩が挙げられる。具体的なアルキル硫酸塩又はポリオキシアルキレンアルキルエーテル塩は、高級アルコール又は高級アルコールの酸化アルキレン化合物（例えば、酸化エチレン、酸化プロピレン等）付加物を硫酸化して得られる。この場合、硫酸化反応時の未反応物が存在してもよく、未反応物は、20 重量%以下、好ましくは 10 重量%以下である。

【0013】また、アニオン活性剤以外のその他添加剤をアニオン活性剤水スラリーに添加することができ、添加剤としては、必要に応じてケイ酸塩、炭酸塩、セスキ炭酸塩 (Na、K、Mg 塩等) のアルカリ剤、クエン酸塩、ゼオライト等の 2 価金属イオン捕捉剤、ポリビニルピロリドン、カルボキシメチルセルロース等の再汚染防止剤、その他ケーキング防止剤、酸化防止剤等の添加剤を少量添加しても良い。しかし、これら添加剤成分の添加量は、粉粒化後のアニオン活性剤の固形分をできるだけ高く保つためアニオン活性剤の有効分 100 重量部に対して 10 重量部以下が望ましい。

【0014】回転薄膜蒸発機に、上記アニオン活性剤水

スラリーを導入する際の該スラリー温度は、 $50^{\circ}\text{C}\sim 140^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $60^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ に維持することが望ましい。上記温度を下回ると、スラリーの粘度が高くなりハンドリングが困難であり、 140°C を越えるとアニオン活性剤の分解が起こるためである。

【0015】また、このようなスラリーが供給されることにより、上述した回転薄膜蒸発機の伝熱内壁面を適宜加熱することが望ましい。例えば、上述の加熱ジャケット等に加熱蒸気または温水を導入することにより、伝熱内壁面温度を $70^{\circ}\text{C}\sim 140^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $70^{\circ}\text{C}\sim 120^{\circ}\text{C}$ に保持することが望ましい。上記範囲を下回ると、スラリーの乾燥速度が低下し効率が悪く、上記範囲を上回ると、アニオン活性剤の分解、色調変化が起こり易くなる。ここで、伝熱内壁面温度は、該内壁面の裏側に温度計を接触させることにより測定することができ、所定の温度に維持されたアニオン活性剤水スラリーは、このような回転薄膜蒸発機内に供給されると回転ブレードの先端で該蒸発機の伝熱内壁面に擦りつけられることにより薄膜を形成する。

【0016】アニオン活性剤の薄膜厚さは、 10mm 以下、好ましくは 5mm 以下、更に好ましくは 2mm 以下に抑えることが望ましい。このため、回転薄膜蒸発機の回転ブレードの先端部と伝熱内壁面とのクリアランスは、原料を供給しない空運転状態で 10mm 以下、好ましくは 5mm 以下、更に好ましくは 2mm 以下に抑えることが望ましい。

【0017】回転薄膜蒸発機の回転ブレードの回転数は、回転ブレードの先端周速として 2m/sec. 以上、好ましくは $3\sim 20\text{m/sec.}$ が望ましい。回転数が 2m/sec. 未満の場合、良好な薄膜形成ができない場合がある。また回転ブレードの機構に関しては、ブレードが伝熱内壁面に対し常に一定の角度になるように回転軸に固定されている固定タイプと力の受け方によってブレードと伝熱内壁面の角度が変わる可変タイプ等があるが特に限定されない。

【0018】回転薄膜蒸発機においては、蒸発機内を減圧状態に置くことが望ましく、例えば、蒸発機内の圧力が 500Torr 以下、好ましくは $50\sim 200\text{Torr}$ であることが望ましい。 500Torr を上回ると、乾燥速度が不足し効率的でない。

【0019】上記のような回転薄膜蒸発機の具体的なものとしては、通常の種々の形式（例えば、化学装置百科辞典編集委員会編“化学装置百科辞典”（化学工業社、1971）P103～104）に記載される蒸発機を上記条件に合わせて使用可能であり、特に、回転翼の遠心力によりアニオン活性剤水スラリーの薄膜を形成する様な回転ブレード付遠心薄膜蒸発機の形式が有効である。又、最終製品が粉粒化物であるため、重力による排出が可能な様に上述の一例のように縦型の形式が望ましい。このような回転薄膜蒸発機には、コントロ、セブコン

（（株）日立製作所）、エバオレータ、ハイエバオレータ（（株）桜製作所）、ルーフ薄膜蒸発器（ルーフ社、スイス）、ワイプトフィルムエバポレーター（神鋼パンテック（株））等を挙げることができる。

【0020】以上の如く示された製造方法において、回転ブレードと伝熱内壁面との間には、上記アニオン活性剤の薄膜を挟んで生じる摩擦熱及び伝熱内壁面からの受熱により、水スラリーが急速に濃縮、乾燥される。乾燥されたアニオン活性剤は、回転ブレードにより掻きとられ、粉状、顆粒状、またはフレーク状の粉粒体となる。このため、蒸発機における乾燥負荷は低く、その装置的な規模も小さくて済む。

【0021】また、以上の如く示された製造方法によって得られる粉粒体は、乾燥時に剪断力を受けているため、従来の噴霧乾燥品に比較して嵩密度が 0.4g/cc 以上と高くなり、貯蔵時、輸送時の容量が小さいため輸送経費節減に効果がある。また、粉粒体中の水分含有量は $10\text{重量}\%$ 以下とすることができる。しかも、この操作はアニオン活性剤を短時間でしかも加熱温度の低い条件で粉粒化できるため熱劣化が防止でき、該粉粒体は、従来の噴霧乾燥品に比較して $10\text{重量}\%$ 水溶液の色がKLT No.10 以下となり、白くて高品質の製品が得られる。更に、本発明に係る回転薄膜蒸発機は、従来の噴霧乾燥法に比較して小さくてすみ、また固形分濃度の高い水スラリーを使用するため乾燥負荷が小さいことから設備費的にも、エネルギーコストの面からも経費を節減することができる。

【0022】更に、上記回転薄膜蒸発機においては、蒸発機内を減圧状態に維持させたが、このような乾燥雰囲気条件に加えて、アニオン活性剤粉粒体をより高品質化するために、粉粒化の際に回転薄膜蒸発機内部に空気、不活性気体又は水蒸気を吹き込み、アニオン活性剤中の未反応アルコール等の不純物を低減し、臭いの少ない高品質アニオン活性剤粉粒体を得ることができる。即ち、上記回転薄膜蒸発機内部へ空気、不活性気体又は水蒸気を導入すると、アニオン活性剤中の未反応アルコール、副生成物の分圧の降下作用によりアニオン活性剤中の未反応アルコール、副生成物の蒸発が促進され、それらの含有量を低減することができる。この際、空気、不活性気体、又は水蒸気を薄膜を形成したアニオン活性剤に対し向流、並流、十字流いずれかの形態で流しても有効である。不活性気体としては、アニオン活性剤と反応性を有しないものであれば何でも良いが、例えば、ヘリウム、窒素、アルゴン、炭酸ガス等が挙げられ、好ましくは、窒素、炭酸ガスである。吹き込み量については、アニオン活性剤水スラリー 100重量部 に対して 20重量部 以上、好ましくは $20\sim 500\text{重量部}$ の範囲が好ましい。これが 20重量部 未満の場合は、不純物の除去効率が低下し、好ましくない。

【0023】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されない。

【色 (KLETT No.) の測定】アニオン活性剤を水に溶解し 10 重量%に調整する。分光光度計 (株) 日立製作所製: U-3210 型分光光度計) を用い、この溶液の波長 420 nm の吸光度を測定する。色は、下記の計算式より算出される。

色 (KLETT No.) = 吸光度 \times 1000

【0024】【嵩密度の測定】

1) パウダテスタ (ホソカワミクロン (株) 製) のケーシング全面に固定シュート、パイプロシュート、スペースリング、篩 (710 μ m)、篩押さえ、押さえバーを取り付ける。

2) 見かけ比重測定用カップ (100 cc) の重量を測定する。

3) 見かけ比重測定用カップ (100 cc) を固定シュートの真下に置き、アニオン活性剤の粉粒化物を適量篩の上に静かに置く。

4) レオスタットの電圧を徐々に 50 V まで上げて約 20 秒間振動を与えて粉体を流出させる。その後、付属のブレードを垂直に立てて粉の表面をすりきって、上皿天秤にて秤量する。この重量と見かけ比重測定用カップ (100 cc) の重量の差が粉体重量である。嵩密度は、下の式により求める。

嵩密度 (g/cc) = 粉体重量 (g) / 100

【0025】実施例 1

炭素数 8 ~ 12 の n-アルキル硫酸 Na の固形分濃度 70 重量%水スラリーを、70°C の温度にて 300 kg/hr の流量で 10 m² の伝熱面積を持った回転薄膜蒸発機 (株) 桜製作所製ハイエバオレーター) に導入し、粉粒化した。この時、蒸発機の伝熱内壁面はジャケットに加熱スチームを通すことにより、130°C に加熱され、また、蒸発機内部は 100 Torr の真空度に保たれている。また、回転ブレードの回転数 200 rpm (回転ブレードの先端周速 10.5 m/sec)、原料を供給しない空運転状態で伝熱内壁面と回転ブレード先端部とのクリアランスは 1.5 mm である。結果は表 1 に示す。

【0026】比較例 1

アルキル硫酸 Na の固形分濃度が 30 重量%である以外は、実施例 1 と同様の操作条件にて粉粒化を行った。結果を表 1 に示す。

比較例 2

炭素数 8 ~ 12 の n-アルキル硫酸 Na の固形分濃度 7

0 重量%水スラリーを噴霧乾燥装置を使用して粉粒化した。結果を表 1 に示す。水スラリー噴霧方法: 噴霧乾燥機内の上部に取り付けた 1 個のノズルから下向きに噴霧する。

乾燥機: 噴霧乾燥機 (20 cm Φ \times 60 cm h)

熱風温度: 150 ~ 200°C

熱風の向き: 並流

【0027】実施例 2

炭素数 8 ~ 12 の n-アルキル硫酸 Na の固形分濃度 65 重量%水スラリーを、100°C の温度にて 10 kg/hr の流量で 0.3 m² の伝熱面積を持った回転薄膜蒸発機 (株) 日立製作所製、縦型セブコン) に導入し、粉粒化した。この時、蒸発機の伝熱内壁面はジャケットに温水を通すことにより 90°C に加熱され、また、蒸発機内部は 200 Torr の真空度に保たれている。また、回転ブレードの回転数 590 rpm (回転ブレードの先端周速 3.1 m/sec)、伝熱内壁面と回転ブレード先端部は空運転時には 0 mm で接触している。この回転ブレードは可変タイプであり、運転中は伝熱内壁面と回転ブレードの先端との間にアニオン活性剤の薄膜が形成される。結果は表 1 に示す。

【0028】実施例 3

炭素数 8 ~ 12、酸化エチレン平均付加モル数 2 の n-ポリオキシエチレンアルキル硫酸 Na の固形分濃度 80 重量%水スラリーを使用する以外は、実施例 2 と同様の操作条件で粉粒化を行った。結果を表 1 に示す。

【0029】実施例 4

炭素数 8 ~ 12 の n-アルキル硫酸 K の固形分濃度 75 重量%水スラリーを、140°C の温度にて 10 kg/hr の流量で 0.3 m² の伝熱面積を持った回転薄膜蒸発機 (株) 日立製作所製、縦型セブコン) に導入し、粉粒化した。この時、蒸発機の伝熱内壁面はジャケットに温水を通すことにより 80°C に加熱され、また、蒸発機内部は 400 Torr の真空度に保たれている。また、回転ブレードの回転数 590 rpm (回転ブレードの先端周速 3.1 m/sec)、伝熱内壁面と回転ブレード先端部は空運転時には 0 mm で接触している。実施例 2 と同様に運転中は伝熱内壁面と回転ブレードの先端との間にアニオン活性剤の薄膜が形成される。運転中は該蒸発機の下部より 5 kg/hr の流量で水蒸気を連続で導入した。結果を表 1 に示す。

【0030】

【表 1】

		実施例 1	比較例 1	比較例 2	実施例 2	実施例 3	実施例 4
ス ラ リ ー	アニオン活性剤種類	アルキル 硫酸Na	アルキル 硫酸Na	アルキル 硫酸Na	アルキル 硫酸Na	ポリオキシエチレン アルキルエーテル 硫酸Na	アルキル 硫酸K
	固形分濃度 (重量%)	70	30	70	65	80	75
	スラリー供給温度 (°C)	70	70	70	100	100	140
	スラリー流量 (kg/hr)	300	300	300	10	10	10
乾 燥 条 件	回転ブレード先端周速 (m/sec.)	10.5	10.5	(噴霧乾燥 条件は本文参照)	3.1	3.1	3.1
	回転ブレード*1 ／伝熱内壁面クリアランス(mm)	1.5	1.5		0	0	0
	回転薄膜蒸発機内圧力(Torr)	100	100		200	200	400
	伝熱内壁面温度 (°C)	130	130		90	90	80
	水蒸気流量 (kg/hr)	—	—		—	—	5
粉 粒 体 組 成	アルキル硫酸塩固形分 (重量%)	92	73	96	93	85	98
	水分含有量 (重量%)	1	15	1	2	8	1
	未反応アルコール (重量%)	3.5	3.1	3.6	3.4	2.9	0.5
粉 粒 体 物 性	嵩密度 (g/cc)	0.49	0.51	0.28	0.51	0.50	0.49
	色、 KLETT No.	4	4	20	4	4	4

*1 空運転時の回転ブレードと伝熱内壁面の離間距離

【0031】

【発明の効果】本発明によれば、色が白く、嵩密度が高く、不純物の少ない高品質なアニオン活性剤粉粒体を、

噴霧乾燥装置に比較して規模の小さい回転薄膜蒸発機で製造することができる。